

## ⑫ 特許公報 (B2)

平3-41176

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公告 平成3年(1991)6月21日

A 61 F 2/02  
A 61 C 8/00  
A 61 F 2/28  
B 32 B 18/00

Z

7603-4C  
7108-4C  
7603-4C  
7148-4F

発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 セラミックス複合体の製造方法

⑯ 特 願 昭62-243511

⑰ 公 開 平1-85644

⑱ 出 願 昭62(1987)9月28日

⑲ 平1(1989)3月30日

⑳ 発 明 者 小 島 聡 東京都板橋区前野町2丁目36番9号 旭光学工業株式会社  
内

㉑ 出 願 人 旭光学工業株式会社 東京都板橋区前野町2丁目36番9号

㉒ 代 理 人 弁理士 三浦 邦夫

審 査 官 石 井 淑 久

㉓ 参 考 文 献 特開 昭62-14846 (J P, A) 特開 昭61-40884 (J P, A)  
実公 昭56-34731 (J P, Y 2)

1

2

## ㉔ 特許請求の範囲

1 セラミックス粉末を所定形状に成形して緻密質成形体と多孔質成形体とを作り、前記緻密質成形体の少なくとも一部を前記多孔質成形体に形成した穴に挿入し、この状態で両者を同時に焼成し、前記多孔質成形体と前記緻密質成形体との収縮率の差により、前記多孔質成形体の穴で前記緻密質成形体を締付けようにして両者を焼結させることを特徴とするセラミックス複合体の製造方法。

## 発明の詳細な説明

## 「技術分野」

本発明は、例えば人工歯根、人工骨、経皮素子などのインプラント材料として好適なセラミックス複合体の製造方法に関する。

## 「従来技術およびその問題点」

近年、例えば人工歯根、人工骨などのインプラント材料として、ハイドロキシアパタイトに代表されるリン酸カルシウム系材料、アルミナ、ジルコニアなどの各種セラミックスが用いられるようになってきた。

これらのセラミックスは、例えば湿式合成したセラミックススラリーを乾燥した後、粉碎してセラミックス粉末とし、このセラミックス粉末を加

圧成形、鋳込成形などの方法で成形して、乾燥、焼成することにより製造されている。また、例えば乾式合成したセラミックス粉末をそのまま成形して、乾燥、焼成することによって製造することもできる。こうして得られたセラミックスは、一般に緻密質な構造を有している。

一方、セラミックス粉末のスラリーに発泡剤を加えて発泡させたり、セラミックス粉末に熱分解性の有機物質を混合したりした後、これらを所定形状に成形して、焼成することによって、多孔質のセラミックスも製造されている。

緻密質のセラミックスは、インプラント材料としての強度が十分に得られる反面、血液などの体液の流通性に乏しいため、人体に埋設されたときにその周りの組織との結合性が劣るという問題点があつた。すなわち、インプラント材料がその周りの組織と結合するためには、その周りに新しい骨細胞が形成されること、すなわち伝導性が必要とされるが、この伝導性が十分に得られないという問題点があつた。

また、多孔質のセラミックスは、血液などの体液が気孔を通して流通するので、その周りに新しい骨細胞が形成されやすく、良好な伝導性を有しているが、多孔質であるため、インプラント材料

としての十分な強度が得られにくいという問題点があった。

このため、緻密質のセラミックスと多孔質のセラミックスとを接合して、人体に埋設したときの伝導性を良好にすると共に、十分な強度をも得られるようにする技術が求められている。

従来、このようなセラミックスの接合においては、それぞれのセラミックス材料を接着剤を用いて接合する方法や、一方のセラミックス材料に他方のセラミックス材料をコーティングする方法などが採用されていた。

しかしながら、上記のような複合体の製造方法では、接着剤や中間層などの異なる性質を持つ相を介在させる必要があるため、人体に対する安全性や伝導性が低下するという問題点があった。また、コーティング方法では、コーティングする方のセラミックスを厚く形成することが困難であるという問題点があった。さらに、いずれの場合においても、接合強度が十分に得られず、接合部分において強度が低下しやすいという問題点があった。

#### 「発明の目的」

本発明の目的は、緻密質のセラミックスと多孔質のセラミックスとを、簡単な工程で、異なる性質を持つ相が介在することなく、強い強度をもつて接合できるようにしたセラミックス複合体の製造方法を提供することにある。

#### 「発明の構成」

本発明によるセラミックス複合体の製造方法は、セラミックス粉末を所定形状に成形して緻密質成形体と多孔質成形体とを作り、前記緻密質成形体の少なくとも一部を前記多孔質成形体に形成した穴に挿入し、この状態で両者を同時に焼成し、前記多孔質成形体と前記緻密質成形体との収縮率の差により、前記多孔質成形体の穴で前記緻密質成形体を締付けようにして両者を焼結させることを特徴とする。

このように、緻密質成形体の少なくとも一部を多孔質成形体の穴に挿入して両者を同時に焼成すると、多孔質成形体の方が緻密質成形体よりも収縮率が大きいため、多孔質成形体の穴によつて緻密質成形体を締付けようにしてすることができ、その状態で両者を同時に焼結して、セラミックス複合体を得ることができる。このセラミックス複合

体は、緻密質部分と多孔質部分とが直接接合して異なる性質を持つ相が全く介在しておらず、しかもその接合界面は、ダイヤモンドディスクで切りだすことによつても破壊されない程度の強い接合強度を有している。また、緻密質成形体を多孔質成形体の穴に挿入して同時に焼成するだけでよいので、製造工程も極めて簡略化される。

#### 「発明の好ましい態様」

本発明において使用するセラミックスとしては、例えばハイドロキシアパタイトを代表とするリン酸カルシウム系セラミックス、アルミナ、ジルコニアなどの各種セラミックスが使用可能であるが、生体材料として使用する場合には、生体融合性に優れたリン酸カルシウム系セラミックスが特に適している。

これらのセラミックスは、例えば湿式合成、乾式合成など公知の方法で得ることができる。例えば湿式合成した場合には、そのスラリーを乾燥させ、これを粉砕してセラミックス粉末を調製することができる。また、乾式合成した場合には、得られたセラミックス粉末をそのまま使用することができる。

本発明では、上記のようにして調製されたセラミックス粉末を所定形状に成形して緻密質成形体を作る。成形は、例えば金型プレス、ラバープレスなどの手段で加圧成形する方法、セラミックス粉末に水や有機樹脂などのバインダーを加えて鋳込成形する方法などが採用される。なお、セラミックス粉末を成形した後、さらに仮焼して後の工程に使用してもよい。

一方、セラミックス粉末から多孔質成形体を作る。多孔質成形体の製法としては、例えばセラミックス粉末のスラリーを発泡させたり、またはセラミックス粉末に熱分解性有機物質を混合したりし、これらを成形して仮焼する方法が挙げられる。セラミックス粉末のスラリーに加える発泡剤としては、例えば過酸化水素や卵白などのスラリー中で気泡を形成する材料が使用される。また、熱分解性の有機物質としては、例えば有機樹脂ビーズ、有機繊維などの焼成によつて分解揮散する有機物が使用される。こうして、セラミックス粉末のスラリーを発泡させたもの、あるいはセラミックス粉末に熱分解性の有機物質を混合したものを調製し、これらを例えば鋳込成形などの手段で

成形し、仮焼することによつて多孔質成形体を得ることができる。

なお、緻密質成形体と多孔質成形体の材質は、異なつていてもよいが、好ましくは同じか、あるいは同質のものが採用される。材質が異なる場合は、多孔質成形体の収縮による締付け効果のみによつて接合されるが、材質が同じか同質のものである場合には、接合界面における焼結がなされるので、結合が強固になされる。

本発明では、前記多孔質成形体に穴を形成し、この穴に前記緻密質成形体の少なくとも一部を挿入するようにする。多孔質成形体の穴は、多孔質成形体の成形の際に同時に形成してもよいし、多孔質成形体を作つた後に、切削加工して形成してもよい。また、緻密質成形体も上記穴の形状に適合するように形成する必要があるが、この場合も成形の際に同時にそのように形成してもよいし、成形した後に切削加工して形成してもよい。

多孔質成形体の穴の形状と、その穴に挿入される部分の緻密質成形体の形状とは、緻密質成形体を多孔質成形体の穴に挿入して、両者を焼成したとき、多孔質成形体により多く収縮して、多孔質成形体の穴の内周に緻密質成形体の外周が密着するように、両者を適合させることが好ましい。ただし、多孔質成形体の穴の形状は、特に限定されるものではなく、丸穴、角穴、長穴、あるいは貫通した穴など、各種の態様が採用できる。同様に、緻密質成形体の挿入部分の形状も、円柱、角柱、板状など、各種の態様が採用できる。

そして、多孔質成形体の穴の大きさと、その穴に挿入される部分の緻密質成形体の大きさととは、両者を同時に焼成したときに、多孔質成形体の穴の内周に緻密質成形体の外周が密着すると共に、多孔質成形体の収縮による締付け力により、いずれかが割れを生じたりしない範囲に設定することが必要である。したがつて、多孔質成形体の穴に緻密質成形体を挿入したときに、両者の間に間隙が設けられるようにする必要があるが、この間隙の大きさは、穴の径やセラミックスの材質や焼成温度によつて異なつてくるため、個々のケースに応じて設定する必要がある。

因に、ハイドロキシアパタイトを用いた場合、緻密質成形体の収縮率は1200℃焼成で約80.4%であり、多孔質成形体の収縮率は、1200℃焼成で約

66.2%である。このとき、焼成された多孔質体の気孔率は、約35.6%となる。

なお、焼成温度は、セラミックスの焼成に通常採用されている温度よりやや高めが好ましく、例えばリン酸カルシウム系セラミックスの場合には、好ましくは1000℃以上、さらに好ましくは1200℃前後が採用される。また、ジルコニアの場合には、1600℃程度が好ましい。

#### 「発明の実施例」

##### 10 実施例 1

水酸化カルシウムスラリー中にリン酸を滴下することにより、ハイドロキシアパタイトスラリーを合成し、このスラリーをスプレードライヤーで造粒し、700℃で仮焼してハイドロキシアパタイト粉末を調製した。

このハイドロキシアパタイト粉末を一軸加圧成形し、これを2000kg/cm<sup>2</sup>の圧力で静水圧プレスして得た緻密質成形体を、第2図aに示すような形状にNC加工した。この緻密質成形体11は、テーパ状の頭部12と、その下端に延びるポスト13とを有している。

また、上記ハイドロキシアパタイト粉末に過酸化水素水溶液を加えて混合し、発泡したハイドロキシアパタイトのスラリーを調製した。このスラリーを乾燥し、仮焼して多孔質成形体を得た。さらにこの多孔質成形体を、第2図bに示すような形状にNC加工した。この多孔質成形体21は、全体として底面が閉塞された円筒状をなし、穴22が中心部に形成されている。

緻密質成形体11のポスト13を多孔質成形体21の穴22に挿入し、その状態で両者を1200℃で同時に焼成して、第1図に示すような緻密質-多孔質のハイドロキシアパタイト複合体を得た。この場合緻密質成形体11のポスト13の直径aを変化させ、多孔質成形体21の穴の内径bを6mmとして実験したところ、直径aが5.0~5.9mmの範囲で界面における焼結が観察されたが、多孔質成形体21にワレが生じなかつたのは、直径aが5.0~5.6mmの範囲のものであつた。

この複合体は、人工歯根として作られたものであり、基部が多孔質成形体21で覆われているので、天然骨内に埋入したとき、これまでの緻密質成形体のみからなる人工歯根に比べて非常に高い骨癒着性を示すことが期待される。また、多孔質

成形体 21 は、天然骨により緻密質化されるので、内部の緻密質成形体 11 よりもさらに高度強化されることが予想される。

#### 実施例 2

アルミナ粉末を実施例 1 の緻密質成形体と同様にして加圧成形した後、第 2 図に示す緻密質成形体 31 のような形状に NC 加工した。この緻密質成形体 31 は、頭部 32 の下端部にピン 33 を有している。

一方、実施例 1 と同様にして作った多孔質成形体を第 5 図に示す多孔質成形体 41 のような形状に NC 加工した。この多孔質成形体 41 は、中心部に貫通した穴 42 を有している。

緻密質成形体 31 のピン 33 を多孔質成形体 41 の穴 42 に挿入し、その状態で両者を 1400°C で焼成し、緻密質アルミナ-多孔質ハイドロキシアパタイトの複合体を得た。

この複合体は、焼成時における多孔質成形体 41 の収縮により、緻密質成形体 31 のピン 33 が締付けられて接合している。

この複合体は、経皮素子として作られたものである。ここで、経皮素子とは、肝臓病や糖尿などで透析や糖濃度の測定を定期的に行なう目的で皮膚に埋入するもので骨との接触はない。経皮素子においては、上皮との親和性は、緻密体（アパタイト、アルミナなど）がよいが、下部は固定性の

面からむしろ多孔体の方がよいとされている。したがって、本発明は、このような経皮素子の製造にも適用することができる。

#### 「発明の効果」

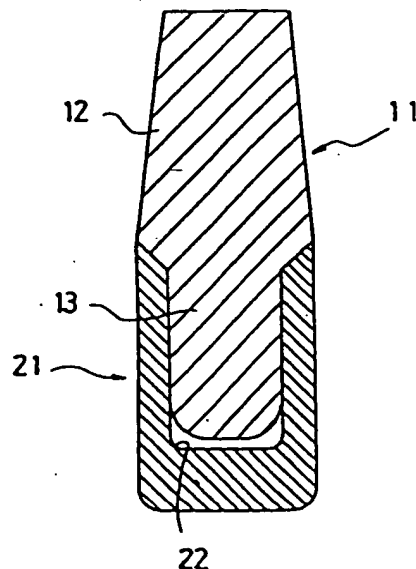
以上説明したように、本発明によれば、緻密質成形体の少なくとも一部を、多孔質成形体の穴に挿入して、両者を同時に焼成するという簡単な工程で、強固に接合したセラミックス複合体を得ることができる。このセラミックス複合体は、接合界面に接着剤層などの中間層を必要としないので、異なる性質を持つ層が介在しておらず、耐熱性、耐熱サイクル性、耐水性、生体適合性等の諸特性を優れたものとすることができる。

#### 図面の簡単な説明

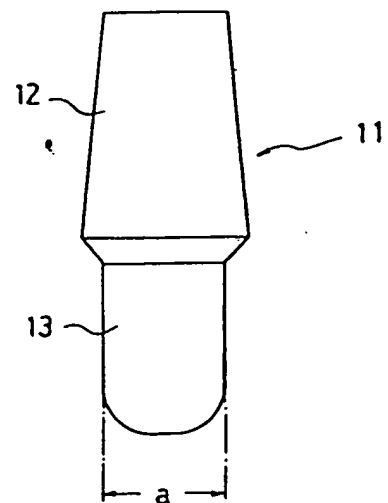
第 1 図は本発明で得られたセラミックス複合体の一実施例を示す断面図、第 2 図 a 上記複合体の製造に用いられた緻密質成形体の形状を示す正面図、第 2 図 b は上記複合体の製造に用いられた多孔質成形体の形状を示す半断面正面図、第 3 図は本発明で得られたセラミックス複合体の他の実施例を示す断面図である。

図中、11 は緻密質成形体、13 はポスト、21 は多孔質成形体、22 は穴、31 は緻密質成形体、33 はピン、41 は多孔質成形体、42 は穴である。

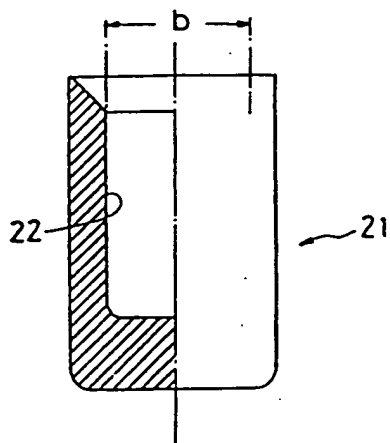
第 1 図



第 2 図 a



第2図 b



第3図

